

**BRIGHT POWDER COATING MATERIAL COMPOSITION DISPERSED IN NONAQUEOUS MEDIUM****Publication number:** JP2002235039**Publication date:** 2002-08-23**Inventor:** KAMISAKA KAZUO; INABA YOSHIJI; OKAZAKI HARUHIKO; TAGAMI AKIKO**Applicant:** MITSUBISHI ELECTRIC CORP; DAINIPPON TORYO KK**Classification:****- International:** *C09D201/00; C09D5/00; C09D5/03; C09D7/12; C09D201/00; C09D5/00; C09D5/03; C09D7/12; (IPC1-7): C09D201/00; C09D5/00; C09D5/03; C09D7/12***- European:****Application number:** JP20010031980 20010208**Priority number(s):** JP20010031980 20010208

Report a data error here

**Abstract of JP2002235039**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a bright powder coating material composition dispersed in a nonaqueous medium, applicable with a coating facility similar to the conventional facility for solvent-type coating materials without using a special coating facility for a powder coating material and giving a coating film having definite metallic luster even by reusing the recovered oversprayed coating materials. **SOLUTION:** The bright powder coating material composition dispersed in a nonaqueous medium contains solid resin particles of a powder coating material and a bright pigment dispersed in a non-solvent or a poor solvent for the solid resin particles.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-235039

(P2002-235039A)

(43) 公開日 平成14年8月23日 (2002.8.23)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テ-マ-ト\* (参考)

C 0 9 D 201/00

C 0 9 D 201/00

4 J 0 3 8

5/00

5/00

5/03

5/03

7/12

7/12

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2001-31980(P2001-31980)

(22) 出願日 平成13年2月8日 (2001.2.8)

(71) 出願人 000006013

三菱電機株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号

(71) 出願人 000003322

大日本塗料株式会社

大阪府大阪市此花区西九条6丁目1番124号

(72) 発明者 上坂 和夫

東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

(74) 代理人 100080159

弁理士 渡辺 望稔 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光輝性非水分散粉体塗料組成物

(57) 【要約】

【課題】 粉体塗料専用の塗装設備を使用する必要がなく、従来の溶剤型塗料に準じた塗装設備で粉体塗料を塗装でき、しかもオーバースプレー塗料を回収して再使用しても塗布される塗膜のメタリック感が常に一定となる光輝性非水分散粉体塗料組成物を提供すること。

【解決手段】 粉体塗料固形樹脂粒子及び光輝性顔料が該固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散している光輝性非水分散粉体塗料組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】粉体塗料固形樹脂粒子及び光輝性顔料が該固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散していることを特徴とする光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 2】固形樹脂粒子がアルキド樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ブロックイソシアネート樹脂、フッ素樹脂、シリコン樹脂、アミド樹脂、ABS樹脂、ノボラック樹脂、ケトン樹脂、ブチラール樹脂、フェノキシ樹脂及びポリオレフィン樹脂からなる群から選ばれた少なくとも 1 種を含有していることを特徴とする請求項 1 記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 3】固形樹脂粒子が PWC で 0.5～60% の顔料を含有していることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 4】固形樹脂粒子の軟化温度が 35℃～200℃の範囲内であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 5】非水媒体がメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、t-ブタノール、n-ヘキサン、ヘプタン、オクタン、石油ベンジン、ホワイトガソリン及びそれらの異性体からなる群から選ばれた 1 種単独、又は 2 種以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 1～4 の何れかに記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 6】固形樹脂粒子が非水媒体 100 質量部当たり 10～200 質量部の量で分散していることを特徴とする請求項 1～5 の何れかに記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 7】光輝性顔料がアルミニウム顔料、ニッケル粉顔料、ステンレス粉顔料、銅粉、ブロンズ粉、金粉、銀粉、雲母顔料、グラファイト顔料、ガラスフレーク顔料、薄片化工したプラスチック顔料及び薄片状酸化鉄顔料からなる群から選ばれた 1 種単独、又は 2 種以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 1～6 の何れかに記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

【請求項 8】固形樹脂粒子と光輝性顔料との合計量が非水媒体 100 質量部当たり 10 質量部よりも多く 500 質量部以下であることを特徴とする請求項 1～7 の何れかに記載の光輝性非水分散粉体塗料組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光輝性非水分散粉体塗料組成物に関し、より詳しくは、粉体塗料固形樹脂粒子及び光輝性顔料を該固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散させた光輝性非水分散粉体塗料組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】粉体塗料は、一回の塗装で塗布膜厚を厚

くすることが可能であることや、揮発性溶剤成分を全く含まないこと等の特徴から、現在問題となっている地球環境保護に対応できる塗料として脚光をあびている。しかし、粉体塗料を用いて塗装する場合の一番の問題点は専用設備を必要とすることである。即ち、粉体塗料は分散媒体として空気を用いて被塗装物に塗布されるため、粉体塗料の搬送、塗布において液状塗料とは全く異なる設備を必要とし、従って、既存の溶剤型等の塗装設備では粉体塗料を用いて塗装することができないので、粉体塗料専用の塗装設備に改造する必要がある。

【0003】光輝性粉体塗料を用いて光輝性塗膜を形成するには、粉体塗料の樹脂粒子と光輝性顔料であるアルミニウム顔料や雲母顔料等とを均一に混合して塗装する必要がある。有機物である樹脂粒子は粒子の表面電気抵抗が大きく、また誘電率も大きいので、粉体塗料の塗装法で用いる静電塗装機で容易に帯電し、被塗装物に容易に付着する。しかし、アルミニウム顔料は、アルミニウム金属の性質上、顔料の電気抵抗が極めて小さく、誘電率も小さい。この為、静電塗装機で塗布しようとしても、帯電し難く、また、導電性の被塗装物に塗着したとしても、その静電気による帯電が除電されやすい。この結果、樹脂粒子は被塗装物に塗着し易いが、アルミニウム顔料は塗着し難く、塗着した塗膜組成中のアルミニウム顔料が少なくなる。この性質のため、粉体塗料を塗装し、オーバースプレー粉末を回収して再使用していると、次第に粉体塗料組成中のアルミニウム顔料が多くなり、塗布される塗膜のメタリック感が常に変動し、均一な仕上がりとはならない。また、アルミニウム顔料は、微細な金属粉末として扱われる為、表面積が大きく火災等の危険性も大きい。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記のような問題が生じることなしで塗装できる光輝性非水分散粉体塗料組成物を提供すること、即ち、粉体塗料専用の塗装設備を使用する必要がなく、従来の溶剤型塗料に準じた塗装設備で粉体塗料を塗装でき、しかもオーバースプレー塗料を回収して再使用しても塗布される塗膜のメタリック感が常に一定となる光輝性非水分散粉体塗料組成物を提供することを課題としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は上記課題を達成するために鋭意研究を行った結果、粉体塗料固形樹脂粒子及び光輝性顔料を非水媒体中に、好ましくは環境負荷の小さい非水媒体中に分散させて液状の塗料として供給すれば、従来の溶剤型塗料に準じた塗装設備でも塗装が可能であり、しかもオーバースプレー塗料を回収して再使用しても塗布される塗膜のメタリック感が常に一定となることを見出し、本発明を完成した。即ち、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物は、粉体塗料固形樹脂粒子及び光輝性顔料が該固形樹脂粒子に対して非溶媒

であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散していることを特徴とする。

#### 【0006】

【発明の実施の形態】以下に、本発明を具体的に説明する。粉体塗料の塗装における一番の問題点は前記したように専用設備を必要とすることである。しかし、この問題は、粉体塗料の固形樹脂粒子及び光輝性顔料を非水媒体中に分散させて液状にして塗装機の先端まで搬送し、液状の塗料組成物として塗布することによって解決できる。

【0007】即ち、粉体塗料の固形樹脂粒子及び光輝性顔料をこの固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散させて光輝性非水分散粉体塗料組成物、即ち液状の塗料とする。この液状の塗料を塗布することにより被塗装物表面に粉体塗料の固形樹脂粒子層を形成させ、この固形樹脂粒子層を加熱焼付することにより成膜させる。

【0008】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物を調製するためには、先ず粉体塗料の固形樹脂粒子を調製する。この粉体塗料の固形樹脂粒子の調製方法は通常の粉体塗料の製造方法であり、例えば、粉体塗料用原料を均一に配合し、均一に練合分散させ、圧延し、冷却し、粗砕し、その後、乾式粉碎して微細な固形樹脂粒子を形成する方法や、懸濁重合反応によって水中に微細な固形樹脂粒子を形成させ、この水中から固形樹脂粒子を分離し、乾燥することによって固形樹脂粒子を回収する方法等があり、これらのいずれの方法で得られた固形樹脂粒子でも使用することができる。

【0009】固形樹脂粒子の樹脂成分として、アルキド樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、メラミン樹脂、ブロックイソシアネート樹脂、フッ素樹脂、シリコン樹脂、アミド樹脂、ABS樹脂、ノボラック樹脂、ケトン樹脂、ブチラール樹脂、フェノキシ樹脂、ポリオレフィン樹脂等を使用することができ、これらの樹脂は1種を単独で用いても、複数種を任意の配合比率で併用してもかまわない。

【0010】上記の樹脂成分及びその他の成分の具体例を例示すると次の通りである。

<アクリル樹脂>アクリル樹脂の製造に用いることのできるアクリル系モノマーとして、メチルアクリレート、エチルアクリレート、n-プロピルアクリレート、i-プロピルアクリレート、n-ブチルアクリレート、i-ブチルアクリレート、sec-ブチルアクリレート、t-ブチルアクリレート、2-エチルヘキシルアクリレート、ラウリルアクリレート、トリデシルアクリレート、ステアリルアクリレート、シクロヘキシルアクリレート、ベンジルアクリレート、テトラヒドロフルフリルアクリレート、2-ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、2-メトキシエチルアクリレート、2-エトキシエチルアクリレート、2-

ブトキシエチルアクリレート、2-フェノキシエチルアクリレート、エチルカルビトールアクリレート、アリルアクリレート、グリシジルアクリレート、ジメチルアミノエチルアクリレート、アクリル酸、アクリル酸ソーダ、トリメチロールプロパンアクリレート、1,4-ブタンジオールジアクリレート、1,6-ヘキサジオールアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレート等のアクリル酸及びアクリル酸エステルモノマーを挙げることができる。

【0011】更に、アクリル樹脂の製造に用いることのできるアクリル系モノマーとして、メチルメタクリレート、エチルメタクリレート、ブチルメタクリレート、イソブチルメタクリレート、t-ブチルメタクリレート、2-エチルヘキシルメタクリレート、ラウリルメタクリレート、トリデシルメタクリレート、ステアリルメタクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、プロピルメタクリレート、ベンジルメタクリレート、イソプロピルメタクリレート、sec-ブチルメタクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレート、ジメチルアミノエチルメタクリレート、ジエチルアミノエチルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、テトラヒドロフルフリルメタクリレート、アリルメタクリレート、エチレングリコールメタクリレート、トリエチレングリコールメタクリレート、テトラエチレングリコールメタクリレート、1,3-ブチレングリコールメタクリレート、トリメチロールプロパンメタクリレート、2-エトキシエチルメタクリレート、2-メトキシエチルメタクリレート、ジメチルアミノエチルメチルクロライド塩メタクリレート、メタクリル酸、メタクリル酸ソーダ等のメタクリル酸及びメタクリル酸エステルモノマーを挙げることができる。

【0012】また、上記したアクリル系モノマー成分に加えて、共重合成分として、アクリルアミド、アクリロニトリル、酢酸ビニル、エチレン、プロピレン、イソブチレン、ブタジエン、イソブレン、クロロブレン等のビニルモノマー、グリシジル(メタ)アクリレート、メチルグリシジル(メタ)アクリレート、アリルグリシジレーテル、3,4-エポキシシクロヘキシルメチル(メタ)アクリレート等のエポキシ基含有エチレン性不飽和モノマー、(メタ)アクリル酸、クロトン酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸等のカルボキシル基含有エチレン性不飽和モノマー、ヒドロキシエチルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレート等の水酸基含有エチレン性不飽和モノマーを用いることができる。

【0013】アクリル樹脂の製造方法としては、通常の溶液重合法により高分子量の樹脂を合成した後、薄膜加熱減圧法等によって溶媒を除去して固形樹脂を製造する方法や、懸濁重合法により樹脂を合成した後、スプレードライ法等により水分を除去して固形樹脂を製造する方

10

20

30

40

50

法がある。

【0014】上記のようなアクリル樹脂のための架橋剤としては、アクリル樹脂中の反応極性基がグリシジル基の場合には、セバチン酸、ドデカンジカルボン酸等の多官能カルボキシル基含有化合物や、多官能酸無水物等を用いることができ、また、アクリル樹脂中の反応極性基が水酸基であるか、水酸基とカルボキシル基の両方である場合には、ブロックイソシアネート樹脂、メラミン樹脂等を用いることができる。

【0015】架橋剤として使用できるブロックイソシアネート樹脂としては、ヘキサメチレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、水添キシレンジイソシアネート、トルエンジイソシアネート等のイソシアネートモノマーとトリメチロールプロパンとを付加反応させて樹脂化したイソシアネート樹脂や、多官能化したイソシアネート樹脂、水添し多官能化したイソシアネート樹脂等を、カプロラクトンやオキシム類でブロックしたブロックイソシアネート樹脂を挙げることができる。

【0016】これらのブロックイソシアネート樹脂を架橋剤として使用する場合には、固形樹脂粒子の安定性を確保する必要性の点でブロックイソシアネート樹脂単体でも固形になる樹脂が好ましく、イソホロンジイソシアネートからの樹脂をε-カプロラクタムでブロックしたブロックイソシアネート樹脂等が好ましい。しかし、液状のブロックイソシアネート樹脂でも、添加配合量、顔料の配合量等を調整することにより、あるいは、ガラス転移温度の高いアクリル樹脂、ポリエステル樹脂等との組み合わせで使用することができる。

【0017】＜ポリエステル樹脂＞ポリエステル樹脂の製造に用いることのできるカルボン酸成分として、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、ナフタレンジカルボン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スベリン酸、アゼライン酸、セバチン酸、1,9-ノナンジカルボン酸、1,10-デカンジカルボン酸、1,12-ドデカンジカルボン酸、1,2-オクタデカンジカルボン酸、アイサコサンジカルボン酸、マレイン酸、フマル酸、シクロヘキサレンジカルボン酸、ヘキサヒドロフタル酸、テトラヒドロフタル酸、トリメリット酸、ピロメリット酸等の多価カルボン酸、これらの多価カルボン酸の低級アルキルエステル及び無水物、あるいはリンゴ酸、酒石酸、1,2-ヒドロキシステアリン酸、パラオキシ安息香酸等のヒドロキシカルボン酸等を挙げることができる。

【0018】また、ポリエステル樹脂の製造に用いることのできるアルコール成分として、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,9-ノナンジオール、1,10-デカン

ジオール、ネオペンチルグリコール、スピログリコール、1,10-デカンジオール、1,4-シクロヘキサレンジメタノール、2,2,4-トリメチルペンタン-1,3-ジオール、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、グリセリン、ペンタエリスリトール等を挙げることができる。

【0019】ポリエステル樹脂は、上記の酸成分とアルコール成分とを原料とし、粉体塗料用ポリエステル樹脂製造の常法によって製造することができる。例えば、上記の諸原料を適当な組み合わせ、配合比で用い、常法に従って200～280℃の温度でエステル化またはエステル交換反応を行った後、500 p a以下に減圧し、触媒の存在下に230～290℃で重縮合反応を行って高重合度の樹脂にし、その後、アルコール成分で解重合反応を行ってポリエステル樹脂とすることができる。

【0020】これらポリエステル樹脂の架橋硬化には、前記したブロックイソシアネート樹脂を使用することが好ましく、その場合には、反応に寄与するブロックイソシアネート樹脂の潜在的イソシアネート基とポリエステル樹脂の水酸基との比率は、NCO/OH比で0.6～1.2であることが好ましく、0.8～1.0であることが更に好ましい。

【0021】固形樹脂粒子を構成する前記した種々の樹脂成分と共に用いるとのできる架橋剤として、それぞれの樹脂成分に応じて、一般的には、多塩基酸、酸無水物、アミノ化合物、グリシジル基含有化合物、アミノプラスト樹脂、ジシアジアミド、ブロックイソシアネート樹脂、ヒドラジド等を挙げることができ、樹脂の種類に応じて適宜選択して使用する。

【0022】また、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物を構成する固形樹脂粒子は、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物を用いる用途に応じて、上記の樹脂成分及び架橋剤以外に、意匠性付与の為の着色顔料、塗膜光沢値の調節、塗膜堅さの調節、塗膜強度等の付与の為の体質顔料、艶消しの為の艶消し顔料、磁性付与の為の磁性顔料、導電性付与の為の導電性顔料、防錆顔料、流展性付与の為の流動性付与剤、表面調整剤、硬化促進剤、紫外線吸収剤等のその他の機能を与えるための添加剤等を含有することができる。又は、これらの添加剤を本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物中に固形樹脂粒子と共存させることができる。当然のことであるが、意匠によっては着色顔料や体質顔料を含まないクリアー塗膜を形成する固形樹脂粒子であっても良い。

【0023】着色顔料として、黄色酸化鉄、チタン黄、ベンガラ、酸化チタン、亜鉛華、リトボン、鉛白、硫化亜鉛、酸化アンチモン等の無機系顔料や、ハンザイエロー5G、パーマネントエローFGL、フタロシアニンブルー、インダンスレンブルーRS、パーマネントレッドF5RK、ブリリアントファーストスカーレットG、パリオゲンレッド3910等の有機顔料等を挙げることが

できる。また、体質顔料として、硫酸バリウム、炭酸バリウム、炭酸カルシウム、クレー、シリカ粉、微粉珪酸、珪藻土、タルク、塩基性炭酸マグネシウム、アルミナホワイト等を挙げることができる。

【0024】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物は光輝性顔料を必須成分として含有するものである。光輝性顔料を固形樹脂粒子中に加えて塗料化することも可能であるが、この場合には塗膜を形成した時に光輝性顔料が塗膜面と平行に並ぶ確率が小さく、メタリック感が小さくなる。また、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物においては微細に粉砕した固形樹脂粒子を用いるので、その微細に粉砕する事で光輝性顔料も微細に粉砕され、メタリック感が小さくなる。

【0025】従って、これらの欠点を発生させない方法として、光輝性顔料を固形樹脂粒子の内部に含ませないで、即ち、非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に光輝性顔料と固形樹脂粒子とを別個の状態で共存させる事が好ましい。この時、光輝性非水分散粉体塗料組成物の塗料としての流動性を確保する為に、固形樹脂粒子と光輝性顔料との合計量が非水媒体100質量部当たり10質量部よりも多く500質量部以下である事が好ましい。

【0026】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物で用いる光輝性顔料として、通常アルミニウム顔料、ニッケル粉顔料、ステンレス粉顔料、銅粉、ブロンズ粉、金粉、銀粉、雲母顔料、グラファイト顔料、ガラスフレーク顔料、薄片化加工したプラスチック顔料、薄片状酸化鉄顔料等を挙げることができる。これらの顔料は各々単独で含有させることも、2種以上を併用する事も可能である。これら光輝性顔料の添加量（2種以上を併用する場合には合計量）は、塗膜にメタリック感を与える場合には、通常固形樹脂粒子100質量部当たり好ましくは0.5～50質量部程度、より好ましくは1～30質量部程度である。

【0027】しかし、導電性塗膜の形成のために光輝性顔料を使用する場合には、光輝性顔料の内でも導電性の大きい顔料であるグラファイト顔料、アルミニウム顔料、ニッケル粉顔料、ステンレス粉顔料、銅粉、ブロンズ粉、金粉、銀粉に限定して、各々単独で、又は2種以上を併用する。特に、塗膜中でこれら顔料が接触して導電性が保たれるようにするために、光輝性顔料分を多く配合して光輝性非水分散粉体塗料組成物とする。通常固形樹脂粒子100質量部当たり好ましくは20～500質量部程度、より好ましくは30～500質量部程度である。

【0028】樹脂粒子中に存在させるか、又は光輝性非水分散粉体塗料組成物中に樹脂粒子と共存させるこれら顔料の添加量は、通常はPWCで0.5～60%程度であるが、クリアー塗料の様に全く添加しない場合もある。逆に顔料の添加量が多い場合、特に吸油量の高い顔

料の場合、形成する塗膜の平滑性が損なわれる傾向がある。ここで、PWCとは Pigment Weight Concentration（顔料質量濃度）のことであり、下記の式により算出される。

$$PWC = [(\text{含有顔料質量}\%) / (\text{全塗料固形分質量}\%)] \times 100$$

【0029】また、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物に用いる固形樹脂粒子は、非水媒体中に分散させた時にも固形のままであり、塗料の貯蔵安定性があり、塗料として成膜でき、塗膜を形成する時の焼付架橋条件で熔融、または軟化して塗膜を形成できるものである必要がある。このため、固形樹脂粒子の軟化温度が35～200℃の範囲内であることが好ましい。

【0030】なお、固形樹脂粒子の軟化温度が50℃よりも低い場合には、固形樹脂粒子のままで長期間保管した時にブロッキングを生じることもあり、また、軟化温度が150℃よりも高い場合には、塗布後の塗膜形成時、塗膜の平滑性や連続性が損なわれることもあるので、固形樹脂粒子の軟化温度が50～150℃であることが一層好ましい。

【0031】＜固形樹脂粒子の製造＞アクリル樹脂粉体塗料、ポリエステル樹脂粉体塗料、エポキシ樹脂粉体塗料等の前記した樹脂の粉体塗料は、通常粉体塗料の調製方法に従って調製することができる。例えば、樹脂、顔料、添加剤等からなる粉体塗料用原料を均一に配合し、熔融練合機で均一に練合分散させ、圧延し、冷却し、粗砕してペレットを調製し、その後、乾式粉砕して微細な固形樹脂粒子を形成することができる。

【0032】前記の諸原料を混合して配合物を得る工程においては、固形の樹脂原料を中心に着色顔料、架橋剤、添加剤、更に必要によっては少量の液状原料をできるだけ均質に混合する。このための装置としては、原料を混合する通常の装置であるフラッシュミキサー、スクリュミキサー、コンカルブレンダ、Vミキサー、タンブリングミキサー、ジェットミキサー、ニーダー、リボンミキサー等が使用できる。

【0033】次に熔融練合に用いる装置としては、ロールミル、スクリュニーダー、マーラー、ニーダー等がある。装置としては、樹脂の結晶化や樹脂内部での架橋反応を防止するために、熔融練合後、練合物を速やかに装置より排出して冷却することができる装置が好ましい。特に、粉体塗料固形樹脂粒子中に架橋剤が含まれる場合には、熔融練合工程で樹脂成分と架橋剤等とを均質に混合する時に、樹脂成分の軟化温度以上に加熱されるので、熔融練合する時の滞留時間が長くなると樹脂成分の一部が架橋剤と反応してしまい、結果として平滑に連続した塗膜を形成することが困難になったり、光沢不足の欠陥が生じたりする傾向がある。従って、一方から供給し、他方から連続的に排出する形式の装置を用いることが好適である。

【0034】この排出された熔融混合物を、必要により圧延し、冷却し、粗砕し、粉碎分級機で所定の粒度分布の固形樹脂粒子粉末にする。固形樹脂粒子の形状、大きさとしては、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物を用いて意図する塗布膜厚の2分の1から3分の1程度の平均粒子径であることが好ましい。しかし、光輝性非水分散粉体塗料組成物の貯蔵安定性の点では、固形樹脂粒子径が一層微細であることが好ましい。

【0035】＜光輝性非水分散粉体塗料組成物の製造方法＞本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物における非水媒体は固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒であることが必要である。この非水媒体が固形樹脂粒子の一部を溶解させたり、膨潤させたり、軟化させたりすると、固形樹脂粒子どうしが非水媒体中で付着して塗料としての流動性を失う傾向があるが、通常の溶媒でも、使用する固形樹脂粒子に対し溶解力が小さい場合には、貧溶媒の程度を考慮して使用することができる。

【0036】使用できる非溶媒又は貧溶媒としては、具体的には、メチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、*t*-ブタノール、*n*-ヘキサン、ヘプタン、オクタン、石油ベンジン、ホワイトガソリン及びそれらの異性体等を挙げることができ、これらは1種を単独で用いても、複数種を任意の配合比率で併用してもかまわない。

【0037】この非溶媒又は貧溶媒中に分散させる固形樹脂粒子の量は、非溶媒又は貧溶媒100質量部に対し好ましくは10～200質量部であり、より好ましくは30～150質量部である。10質量部よりも少ない場合、即ち塗料濃度が薄い場合には、所望の塗膜厚を達成するのに必要な非溶媒又は貧溶媒の量が、単位面積当たり過多となり、資源の浪費、コストアップとなる。また200質量部を越す場合には、光輝性非水分散粉体塗料組成物の流動性が損なわれ、塗装し難くなる。また、前記したように、光輝性非水分散粉体塗料組成物の塗料としての流動性を確保する為に、固形樹脂粒子と光輝性顔料との合計量が非水媒体100質量部当たり10質量部よりも多く500質量部以下である事が好ましい。

【0038】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物は、上記のようにして調製した微細な固形樹脂粒子及び光輝性顔料を該固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散させることによって調製しても、或いは、上記した乾式粉碎の代わりに非溶媒又は貧溶媒である非水媒体中で湿式粉碎し、さらに光輝性顔料を添加することによって調製しても良い。

【0039】更には、これらの乾式粉碎と湿式粉碎を組み合わせて、所定の粒度分布を持つ光輝性非水分散粉体塗料組成物にすることもできる。また、エマルション樹脂の固形樹脂粒子や懸濁重合反応によって形成した固形樹脂粒子をエアドライヤー等で乾燥して固形樹脂粒子を回収し、この固形樹脂粒子及び光輝性顔料を非溶媒又は

貧溶媒中に分散させて光輝性非水分散粉体塗料組成物とすることもできる。

【0040】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物は、必要に応じて、非溶媒又は貧溶媒中に塗料の流動性改質剤や沈殿防止剤等の添加剤を含有することもできる。この様にして調製した光輝性非水分散粉体塗料組成物について、その塗料組成物中の固形樹脂粒子の粒度分布を更に小さくするためや、粒度分布をシャープにするために、ビーズミル等を通過させて粒度分布に調整することもできる。

【0041】＜艶調整用光輝性非水分散粉体塗料組成物の調製＞塗膜の艶を調整する方法として、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物中に艶消し用顔料を加えることも可能であり、また塗料組成物中の固形樹脂粒子を2種類以上にして樹脂粒子間の相溶性や反応速度の差で艶を調整することもできる。光輝性非水分散粉体塗料組成物用の艶調整剤としては、塗料に通常使用されているコロイダルシリカ、アルミナ、タルク等が使用できる。また、アクリル樹脂、フッ素樹脂の微粒子なども艶消し用顔料と同様に艶を調整したり、摩擦抵抗を低下させたりする目的で加えることもできる。

【0042】＜塗膜の形成＞本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物を用いる塗装方法としては、浸漬塗装、刷毛塗り塗装、スピンコーター塗装、エアースプレー塗装、静電塗装等による塗装方法が可能である。本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物の粘性は、用いた非溶媒又は貧溶媒の持つ粘性に近く、塗装までは極めて低粘度のままである。しかし、本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物においては、塗料組成物中の非溶媒又は貧溶媒は固形樹脂粒子との親和性が無いことと、固形樹脂粒子の毛細管現象に起因して、塗装後に極めて短時間に蒸発し、固形樹脂粒子層を被塗装物表面に形成する。

【0043】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物が非溶媒又は貧溶媒中に粘結剤を含有していない場合には、非溶媒又は貧溶媒の蒸発とともに被塗装物に対する固形樹脂粒子及び光輝性顔料の付着力が低下して振動や風力で固形樹脂粒子層が剥離し易くなる。このため、できるだけ速やかに軟化温度以上に加温して固形樹脂粒子を被塗装物に融着させる。しかし、この時、急激に加温して非溶媒又は貧溶媒の沸点以上になると融着と突沸のバランス関係で塗膜にピンホールが発生する恐れがある。この防止対策としては固形樹脂粒子層が被塗装物に粘結力を持って付着するように、非溶媒又は貧溶媒中に粘結剤を添加することも有効である。

【0044】

【実施例】以下、本発明について実施例により詳細に説明する。尚、実施例中の「部」は質量部である。

実施例 1

＜ポリエステル樹脂光輝性非水分散粉体塗料組成物＞軟化温度120℃、酸価45のポリエステル樹脂44部、

エポキシ当量 910 のビスフェノール A タイプのエポキシ樹脂 44 部、フタロシアニンブルー顔料 4 部、アクリルオリゴマー（表面調整剤）7 部及びベンゾトリアゾール系架橋促進剤 1 部をスクリーミキサー中で配合し、さらにフラッシュミキサーで均一に混合した。

【0045】溶融練合機として、2 軸スクリーニーダーを 115℃ に加温し、溶融練合機の先端に 2 本ロール冷却機を設けて圧延冷却できるようにし、その先にハンマクラッシャを設置して、練合と粗砕の準備をした。フラッシュミキサーで混合した配合物を 2 軸スクリーニーダーのフィーダーより供給し、約 20 秒間滞留させて、溶融・練合・分散させた後、約 120℃ の粘性液体として 2 軸スクリーニーダーの先端から 2 本ロール冷却機の圧延ロールに落下させ、圧延し、約 10 秒で常温近くまで冷却させた。この板状の樹脂をハンマクラッシャで一次粉碎して約 0.5 mm の大きさの粗粉にした。

【0046】この一次粉碎した粗粉をターボ粉碎機で粉碎し、150 メッシュの分級機で分級して固形樹脂粒子とした。この固形樹脂粒子 50 部及びアルミニウム顔料 5 部を石油ベンジン（沸点 78℃ から 82℃）45 部中に分散させて光輝性ポリエステル樹脂非水分散粉体塗料組成物とした。

【0047】この光輝性ポリエステル樹脂非水分散粉体塗料組成物をリン酸亜鉛処理した軟鋼板部材に塗布膜厚が 40 μm となるようにエアースプレー塗装し、7 分間風乾し、200℃ に保った乾燥炉中に 10 分間保持し、その後に取り出して冷却した。この塗膜の外観は光沢 85、鉛筆硬度 H であり、ブルーメタリック感のある平滑で良好な塗膜に仕上がっていた。

#### 【0048】実施例 2

<光輝性ポリエステル樹脂非水分散粉体塗料組成物> 軟化温度 110℃、水酸基価 40 のポリエステル樹脂（ファインディック M8023、大日本インキ化学工業製）80 部、NCO 含有量 15% のブロックイソシアネート樹脂（IPDI-B1530、ダイセルヒュルス社製）16 部、ジブチルチンジラウレート（表面調整剤）1 部及びベンゾイン（流展性付与剤）3 部を実施例 1 と同様に配合し、溶融練合し、押し出し、粉碎し、分級して平均粒子径 25 μm の固形樹脂粒子とした。

【0049】ポリアミド系増粘剤 1 部を n-ヘキサン 49 部中に分散させて、乳白色の溶液にした。攪拌しつつこの溶液に固形樹脂粒子 40 部、雲母箔顔料 7 部及びアルミニウム箔顔料 3 部を加え、分散させて光輝性ポリエステル樹脂非水分散粉体塗料組成物にした。この光輝性ポリエステル樹脂非水分散粉体塗料組成物を、リン酸系処理を実施し、白塗料を下塗りしたマグネシウム合金部

材にエアースプレー塗装した。

【0050】この塗装部材を 180℃ に保った乾燥炉中に 20 分間保持した後、取り出し、冷却した。被塗装物の塗布膜厚は 50 μm で均一であった。また、塗膜外観はパール感が良好にある塗膜で光沢 90、鉛筆硬度 HB であり、均一で平滑で良好な塗膜に仕上がっていた。

#### 【0051】実施例 3

<光輝性アクリル樹脂非水分散粉体塗料組成物> 反応槽中でメチルメタクレート 60 部、ブチルアクリレート 60 部、グリジルメタクレート 33 部及びアゾイソブチロニトリル 1 部を攪拌混合し、120℃ で均一に溶解させた。この反応槽内容物を 120℃ に維持し、攪拌しつつ、滴下槽よりキシロール 100 部を 1 時間で滴下し、その後 2 時間保持した。その後、更にアゾイソブチロニトリル 0.3 部を加え、150℃ に約 4 時間保持し、重合させて樹脂溶液を得た。この樹脂溶液を薄膜減圧乾燥機で処理して溶剤を除去し、固形のアクリル樹脂を得た。このアクリル樹脂は軟化温度約 55℃、エポキシ当量 430、分子量約 7000 であった。

【0052】このアクリル樹脂 77 部、ドデカンジカルボン酸 19 部、アクリルオリゴマー（表面調整剤）1 部及びベンゾイン（流展性付与剤）3 部を実施例 1 と同様に配合し、溶融練合し、押し出し、粉碎し、分級して平均粒子径 10 μm のアクリル固形樹脂粒子とした。

【0053】ポリアミド系増粘剤 1 部を n-ヘキサン 39 部中に分散させて、乳白色の溶液にした。また、銅箔顔料 50 部を n-ヘキサン 部中に分散させ、この分散液を攪拌しつつこの分散液に上記の乳白色の溶液を添加し、直ちにアクリル固形樹脂粒子 10 部を加え、分散させて光輝性アクリル樹脂非水分散粉体塗料組成物にした。この光輝性アクリル樹脂非水分散粉体塗料組成物を耐熱性プラスチック素材の裏面にエアースプレー塗装した。

【0054】この塗装部材を 150℃ に保った乾燥炉中に 20 分間保持した後、取り出し、冷却した。被塗装物の塗布膜厚は 65 μm であり、塗膜外観は銅金属感のある艶消しで、平滑な塗膜に仕上がっていた。この塗膜の表面電気抵抗は 1 Ω 以下であった。

#### 【0055】

【発明の効果】本発明の光輝性非水分散粉体塗料組成物は、粉体塗料固形樹脂粒子及び光輝性顔料を該固形樹脂粒子に対して非溶媒であるか又は貧溶媒である非水媒体中に分散させているので、粉体塗料専用の塗装設備を使用する必要がなく、従来の溶剤型塗料に準じた塗装設備で塗装することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 稲葉 好次  
東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三  
菱電機株式会社内

(72)発明者 岡崎 晴彦  
愛知県小牧市三ツ渚字西ノ門878 大日本  
塗料株式会社小牧工場内

(72)発明者 田上 明子  
愛知県小牧市三ツ渚字西ノ門878 大日本  
塗料株式会社小牧工場内

Fターム(参考) 4J038 CB001 CD091 CE071 CG001  
CP081 DA061 DA161 DB001  
DD001 DF061 DG301 DH001  
DL001 HA036 HA066 HA216  
HA486 HA546 JA02 JA03  
JA18 KA08 KA20 MA07 MA10  
NA01 NA23 PA02